



**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**  
**федеральное государственное бюджетное образовательное**  
**учреждение высшего образования**  
**«Самарский государственный технический университет»**  
**(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)**

---

К а ф е д р а аналитической и физической химии

# **АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Методические указания  
к лабораторной работе № 17

**Самара**  
**Самарский государственный технический университет**  
**2017**

Печатается по решению методического совета химико-технологического факультета СамГТУ

Составители: Б.М. СТИФАТОВ, В.И. РУНТОВ

УДК 543.25

**Аналитический контроль окружающей среды:** Метод, указ. к лаб. раб./Самар. техн. ун-т; Сост.: *Б. М. Стифатов, В. И. Рунтов*. Самара, 2017. 30 с.

Рассмотрены основные методы анализа, используемые при анализе загрязнителей окружающей среды.

Указания рассчитаны на студентов, изучающих физико-химические методы анализа в рамках бакалавриата по направлениям 240100, 240700, 241000, 260100 и специалитета по направлениям 020100 и 240300.

Ил.5. Табл. 7. Библиогр.: 6 назв.

УДК 543.25

Составители канд. хим. наук Б.М. Стифатов, В.И. Рунтов.

Рецензент канд. хим. наук Г.С. Муковнина

© Б.М. Стифатов, В.И. Рунтов,  
составление, 2017

© Самарский государственный  
технический университет, 2017

# 1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

## Аналитический контроль окружающей среды

*Охрана окружающей среды* - одна из наиболее важных проблем современности, поставленных в нашей стране на уровень важнейших государственных задач. Развитие промышленности, транспорта, увеличение плотности населения, проникновение человека в стратосферу и космическое пространство, интенсификация сельского хозяйства (применение ядохимикатов), транспортировка нефтепродуктов, захоронение опасных химических веществ на дне морей и океанов и продолжающиеся испытания ядерного оружия - все это способствует глобальному и постоянно увеличивающемуся загрязнению окружающей человека природной среды обитания. Попадая в воздух, воду и почву, токсичные химические вещества (промышленные яды) создают реальную угрозу существованию на нашей планете человека, растений и животных.

Для выявления изменений состояния окружающей среды под влиянием деятельности человека необходима система наблюдений. Такую систему в настоящее время общепринято называть *мониторингом*. Таким образом, мониторинг - это система наблюдений, оценки и прогноза состояния природной среды, не включающая управление качеством окружающей среды, но дающая необходимую информацию для такого управления и выработки инженерных методов защиты окружающей среды.

Наблюдение, оценку и прогноз состояния окружающей среды осуществляют на основе данных, полученных путем ее анализа, т.е. процедуры опытного определения химической природы и содержания загрязнителей.

Основным отличием применения методов аналитической химии для анализа объектов окружающей среды является определение ими *предельно допустимой концентрации (ПДК)* вредных примесей (табл. 1), измеряемой в  $\text{мкг/м}^3$  или  $\text{мг/м}^3$ . В Российской Федерации установлены ПДК для более чем для 800 различных токсичных веществ.

Особую значимость при выполнении природоохранных мер приобретает контроль объектов окружающей среды, который можно подразделить на следующие основные виды:

- 1) анализ производственного и атмосферного воздуха;
- 2) анализ природных и сточных вод промышленных предприятий;
- 3) анализ почвы и сельхозпродуктов.

**Предельно допустимые концентрации (ПДК)  
некоторых загрязняющих веществ**

Вещества	ПДК в воздухе, мг/м <sup>3</sup> [1]		ПДК в воде, мг/л [3]	Класс опасности*
	Максимальная разовая	средне- суточная		
Азота диоксид	0,085	0,085	–	2
Аммиак	0,200	0,200	2,0 (по N)	4
Ацетон	0,350	0,350	–	4
Бензин (нефтяной, мало- сернистый, в пе- ресеете на С)	5,000	1,500	0,1	4
Бензол	1,5000	0,800	0,5	2
Водород хлористый	0,200	0,200	–	2
Водород цианистый	–	0,010	0,1 (по N)	2
Дихлорэтан	3,000	1,000	2,0	2
Серы диоксид	0,500	0,050	–	3
Сероводород	0,008	0,008	–	2
Спирт метиловый	1,000	0,500	3,0	3
Углерода оксид	3,000	1,000	–	4
Формальдегид	0,035	0,003	0,05	2
Хлор	0,100	0,030	–	2

\*Классы токсичности (опасности) промышленных ядов: 1 - чрезвычайно токсичные; 2 - высокотоксичные; 3 - сильно токсичные; 4 - умеренно токсичные; 5 - малотоксичные; 6 - практически нетоксичные.

Для обеспечения полного контроля указанных объектов необходимы высокочувствительные, точные и надежные методы, позволяющие избирательно определять микроколичества вредных веществ в присутствии множества сопутствующих соединений. Среди них особенно часто применяют хроматографию, фотометрию, вольтамперометрию, атомно-абсорбционную спектрометрию, ионометрию и другие химические и физико-химические методы анализа.

*Анализ воздуха* относится к наиболее трудным задачам аналитической химии, поскольку в одной пробе одновременно могут находиться сотни токсичных примесей органических и неорганических соединений различных классов.

Основным источником загрязнения воздуха являются продукты сгорания, получаемые в результате различных технологических процессов: зола, твердые частицы топлива; механические примеси, оксиды серы, азота, свинца, продукты неполного сгорания топлива и многое другое.

Например, химической промышленностью в воздух вносятся следующие загрязнители [4] при производстве:

- 1) азотной кислоты —  $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ;
- 2) соляной кислоты —  $\text{HCl}$ ,  $\text{Cl}_2$ ;
- 3) серной кислоты, получаемой  
нитрозным способом —  $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (пыль);  
контактным способом —  $\text{SO}_2$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (пыль);
- 4) фосфора и фосфорной кислоты —  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$  (пыль);
- 5) уксусной кислоты —  $\text{CH}_3\text{CHO}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ;
- 6) сложных удобрений —  $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  
пыль удобрений;
- 7) хлорида кальция —  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{CaCl}_2$  (пыль);
- 8) жидкого хлора —  $\text{HCl}$ ,  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{Hg}$  ;
- 9) метанола —  $\text{CH}_3\text{OH}$ ,  $\text{CO}$ ;
- 10) капролактама —  $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CO}$ ;
- 11) ацетилена —  $\text{C}_2\text{H}_2$ , сажа;
- 12) искусственных волокон —  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CS}_2$  и т. д.

Степень загрязнения воздуха сильно колеблется во времени и пространстве. Эти колебания связаны с особенностями источников эмиссии загрязнителей (тип источника, природа и свойства загрязняющих веществ, объем выброса) и с влиянием метеорологических и топографических факторов (направление и скорость ветра, температурные инверсии, атмосферное давление, влажность воздуха, рельеф местности и расстояние до источника загрязнения).

Важнейшей частью аналитической процедуры определения примесей токсичных соединений в загрязненном воздухе является ***отбор пробы***.

Главными *требованиями к пробоотбору воздуха* являются:

- 1) получение представительной пробы, отражающей реальный со-

став анализируемого воздуха;

2) накопление в ловушке-конденсаторе достаточного для аналитического определения количества вещества.

Основным способом отбора проб исследуемого воздуха является пропускание его через *сорбционные устройства* (поглотительный сосуд, концентрационная трубка, фильтр) с помощью воздухозаборника с определенной скоростью, регистрируемой расходомерным устройством (ротаметром, реометром, газовыми часами).

Для удобства отбора проб в производственных условиях широко применяют аспирационные устройства, которые совмещают воздухозаборник и расходомерное устройство и позволяют отбирать вещества, находящиеся в различных агрегатных состояниях.

В качестве поглотительных растворов применяют дистиллированную воду, органические растворители, кислоты, спирты, смешанные растворы.

Анализ воздуха на содержание загрязняющих веществ может быть проведен приблизительно *органолептическим методом*, основанный на применении органов чувств человека (вкус, цвет, запах).

Запах имеют сероводород, хлор, аммиак, диоксид серы, оксиды фосфора, углеводороды и многие органические вещества. Окрашенные газы - фтор, хлор, диоксид азота.

Качественный анализ можно проводить с помощью фильтровальных бумажек, пропитанных соответствующим реактивом. Они изменяют свой цвет в присутствии некоторых газов (табл. 2).

Таблица 2

### Изменение окраски реактивной бумаги

Бумага	Газы	Цвет
Красная лакмусовая	$\text{NH}_3$	Синеет
» »	$\text{NO}$ , $\text{HCl}$ , $\text{H}_2\text{S}$ , $\text{SiF}_4$ , $\text{SO}_2$ , $\text{CO}_2$ , $\text{NO}$	Не меняется
Синяя лакмусовая	$\text{NH}_3$	» »
» »	$\text{HCl}$ , $\text{H}_2\text{S}$ , $\text{NO}_2$ , $\text{NO}$ , $\text{SiF}_4$ , $\text{SO}_2$ , $\text{CO}_2$ ,	Краснеет
Красная и синяя лакмусовая	$\text{Cl}_2$	Обесцвечивается
Йодокрахмальная	$\text{NO}$ , $\text{NO}_2$ , $\text{Cl}_2$ , $\text{H}_2\text{S}$	Синеет
Пропитанная раствором ацетата свинца		Чернеет

Точное определение содержания вредной примеси в воздухе (газе) проводится анализом его пробы, которую получают, пропуская анализируемый воздух (газ) через поглотитель: жидкость, твердый пористый сорбент, фильтр. Большие объемы пробы отбирают калиброванными газометрами. Газообразную пробу непосредственно анализируют, например, хроматографически. Сорбированное жидкостью или твердым сорбентом количество примеси извлекают и переводят в раствор, который анализируют химическими или физико-химическими методами.

При исследовании атмосферного воздуха наиболее достоверные данные получают, если отбор проб непродолжителен. Длительность отбора проб для большинства вредных веществ установлена в 20-30 мин.

*Анализ воды* имеет своей целью установление пригодности воды для питья и технологических целей, а также степени очистки сточной воды после использования в производстве.

Природные и сточные воды анализируют, контролируя их жесткость, солевой состав, щелочность, кислотность, химическое потребление кислорода, общее содержание азота и азотсодержащих веществ, фенолов, металлов, неметаллических элементов и др.

Определение так называемого *химического потребления кислорода* (ХПК), т. е. окисляемости воды, служит мерой оценки содержания органических веществ в воде. Теоретически ХПК - это масса кислорода (или окислителя в пересчете на кислород) в мг/дм<sup>3</sup>, необходимая для полного окисления содержащихся в пробе органических веществ, причем углерод, водород, сера, фосфор окисляются до оксидов, а азот превращается в аммонийную соль. Кислород, входящий в состав окисляемых веществ, участвует в процессе окисления, а водород - в образовании аммонийной соли. Применяемые методы определения ХПК дают результаты, близкие к ХПК<sub>теор.</sub> Недостаток кислорода в воде вызывает гибель в ней аэробных микроорганизмов, что влечет за собой гибель рыбы. Органические примеси влияют на цвет, запах и вкус воды.

*Анализ почвы* на загрязнители проводят с помощью различных вытяжек (водных, солевых, кислотных или щелочных). В ряде случаев почву разлагают сплавлением небольших навесок с карбонатами, обработкой фтороводородной (плавиковой) кислотой или мокрым сожжением другими кислотами (HCl + HNO<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Большинство анализов почвы проводят мокрым путем, используя водные вытяжки. Для ее получения образцы почвы 500-1000 г в воздушно-сухом состоянии измельчают в ступке и просеивают через сито

с отверстиями 1 мм в диаметре. Просеянную почву хранят в банках с притертой пробкой, картонных коробках или бумажных пакетах.

Среднюю пробу получают квартованием.

Для приготовления водной вытяжки 100 г пробы почвы вымачивают при перемешивании 5 мин в пятикратном объеме дистиллированной воды, а при определении степени засоленности почвы – до 2 ч.

Водная вытяжка дает представление о содержании в почве водорастворимых органических и минеральных веществ, состоящих преимущественно из простых солей. Соли, растворимые в воде, могут быть вредны. По степени вредности их располагают в следующем порядке:  $\text{Na}_2\text{CO}_3 > \text{NaHCO}_3 > \text{NaCl} > \text{CaCl}_2 > \text{Na}_2\text{SO}_3 > \text{MgCl}_2 > \text{MgSO}_4$ . Содержание  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (даже 0,005 об. долей, %) вызывает гибель растений в засоленной почве. В таблице 3 дана классификация почв по содержанию токсичных веществ.

Таблица 3

### Классификация почв по их засолению

Степень засоления	Тип засоления, мас. доли, %			
	хлоридный	сульфатно-хлоридный	содово-хлоридный	содово-сульфатный
Незасоленные	0,03	0,05	0,1	0,15
Слабозасоленные	0,10-0,30	0,05-0,12	0,10-0,15	0,15-0,20
Среднезасоленные	0,10-0,30	0,12-0,35	0,15-0,30	0,25—0,35
Сильнозасоленные	0,30-0,60	0,35-0,70	0,30-0,50	0,35-0,60
Очень сильно засоленные	0,6	0,7	0,5	0,6

Для некоторых видов анализа нужны образцы почвы только что взятые в поле без предварительного подсушивания, например определении нитратов.

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

РАБОТА 17.1	<b>Определение содержания аммиака в воздушной и водной средах</b>
-------------	---

### *Сущность анализа*

Одним из наиболее распространенных загрязняющих воду и воздух веществ является аммиак, относящийся к IV классу опасности.



Аммиак попадает в атмосферу из природных источников (в частности, образуется при анаэробном разложении белковых материалов), а также в результате ряда промышленных процессов: он является, например, побочным продуктом в производстве кокса и ряда химических веществ. Однако исключительная высокая растворимость аммиака в воде и его способность реагировать с кислыми компонентами, присутствующими в атмосфере, приводят к тому, что, как правило, он содержится в атмосфере в низких концентрациях. Исключение составляют лишь районы, расположенные в непосредственной близости к мощным источникам выделения аммиака.

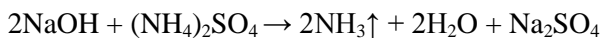
При высоких концентрациях аммиак может вызывать коррозию ряда цветных металлов, таких как медь, олово, цинк, и их сплавов. Железосодержащие сплавы, как правило, устойчивы, однако при эксплуатации под нагрузкой углеродистые стали могут корродировать. В гальванических ваннах накопление аммиака грозит потерей работоспособности электролитов, ухудшением эксплуатационных и технологических показателей гальванических покрытий, а недостаточная очистка сточных вод промышленных предприятий может привести к загрязнению аммиаком и природных вод.

Данная лабораторная работа посвящена анализу аммиака в атмосфере и в сточных водах.

*Сущность метода определения аммиака в воздухе* заключается в поглощении (сорбции) аммиака раствором в сорбционной трубке с последующим фотометрическим анализом, полученного раствора. Для фотометрирования раствор окрашивают и фотометрически сравнивают его окраску с окраской раствора сравнения (эталонного) с известной концентрацией аммиака.

Анализ проводят с помощью установки схематично представленной на рис. 1. Загрязненный аммиаком воздух получают в барботере 2. Это устройство для принудительной продувки (барботажа) раствора, находящегося в нижней части барботера, каким-либо газом.

В данном анализе нижний сосуд барботера заполняют раствором гидроксида натрия (делает лаборант!), что позволяет при добавлении к этому раствору раствора соли аммония (например  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ) получить за счет химической реакции аммиак:



Продувкой барботера воздухом, подаваемым в него с определенной скоростью с помощью *электроасpirатора* (компрессора) 1, удаляет из барботера воздух с аммиаком. Образовавшийся аммиак собирают в виде соли  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  в сорбционной трубке 6, смоченной серной кислотой, для чего сорбционную трубку подсоединяют на выходе газа из барботера. Полученную соль переводят в раствор путем промывки сорбционной трубки водой в реакционном стакане 3. Раствор окрашивают реактивом и устанавливают содержание в нем аммиака, сравнивая его окраску с окраской эталонного раствора (сравнения) с известной концентрацией с помощью фотоэлектроколориметра 5.

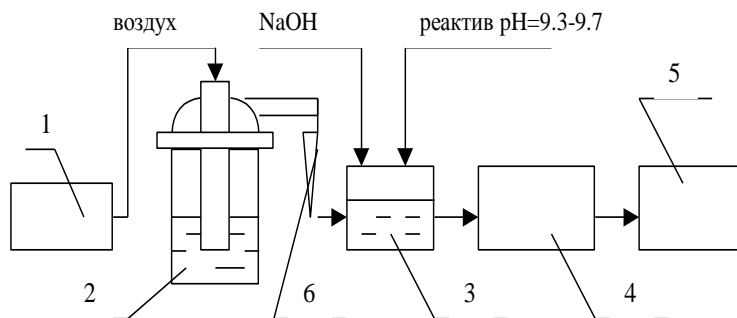
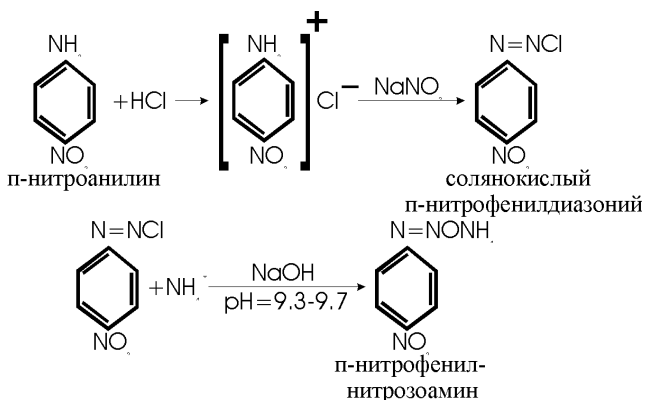


Рис. 1. Схема установки: 1 - электроасpirатор, расход воздуха 1 л/мин; 2 - сосуд поглотительный (барботер); 3-стакан реакционный; 4 - ионмер ЭВ-74 или рН-метр; 5 - фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или другой марки; 6 - трубка сорбционная.

Фотометрическое определение аммиака ( $\text{NH}_3$ ,  $\text{NH}_4^+$ ) в растворе основано на реакции взаимодействия иона  $\text{NH}_4^+$  с реактивом – п-нитрофенилдиазонием [5], получаемым диазотированием п-нитроанилина в солянокислом растворе. Образующаяся при диазотировании желтая соль – солянокислый п-нитрофенилдиазоний – при взаимодействии с ионом  $\text{NH}_4^+$  образует в щелочной среде оранжево-красную соль – п-нитрофенилнитрозоамин.

Характерная оранжево-красная окраска раствора появляется при  $\text{pH} = 9,4 - 9,6$ . Для получения окраски после добавления сильно кислого раствора реактива окрашиваемый раствор подщелачивают концентрированным раствором щелочи до указанного значения  $\text{pH}$ . Величину  $\text{pH}$  контролируют потенциометрически с помощью ионмера 4.



Применение в качестве окрашивающего реактива п-нитрофенилдиазония является разработкой сотрудников кафедры аналитической и физической химии СамГТУ. Обычно для этих целей применяют *реактив Несслера*, но его следует готовить непосредственно перед анализом, в отличие от п-нитрофенилдиазония, который не теряет своих свойств при длительном хранении в холодильнике.

Окраска полученного раствора пропорциональна содержанию аммиака в анализируемой пробе, а его оптическая плотность *подчиняется* закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \varepsilon_{\lambda} \cdot l \cdot c,$$

где  $\varepsilon_{\lambda}$  - молярный коэффициент светопоглощения, л/моль·см;  $c$  - молярная концентрация аммиака, моль/л;  $l$  - ширина используемой кюветы, см.

Определение количества аммиака можно проводить основными методами фотометрии: сравнения, добавок, градуировочного графика. Ниже предлагается методика - определения аммиака, по методу сравнения. Измерение оптических плотностей  $A_{\text{ст}}$ ,  $A_{\text{x}}$  проводится по отношению к раствору холостой пробы (а не воды).

### План работы

1. Ознакомиться с сущностью метода определения аммиака.
2. Произвести отбор пробы анализируемого воздуха в помещении лаборатории или водной среды (по заданию преподавателя).
3. Осуществить анализ отобранной пробы на содержание аммиака.

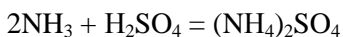
4. Определить содержание аммиака в отобранной пробе и сравнить ее с ПДК (табл. 1).

### *Приборы, реактивы, посуда*

1. Электроаспиратор, расход воздуха 1 л/мин.
2. Ионмер универсальный ЭВ-74 со стеклянным индикаторным электродом и хлорсеребряным электродом сравнения.
3. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 (или другой марки).
4. Поглотительный сосуд-барботер.
5. Микродозатор на 1000 мкл.
6. Таймер.
7. Магнитная мешалка с магнитным стержнем.
8. Трубка сорбционная ОТ-112.
9. Поглотительный раствор  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$  моль/л.
10. Стандартный раствор  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $T(\text{NH}_3) = 0,1700$  мг/мл.
11. Раствор реактива – солянокислого п-нитрофенилдиазония.
12. Раствор  $\text{NaOH}$ , 1 моль/л.
13. Колба мерная объемом 100 мл – 3 шт.
14. Стакан химический объемом 50 мл – 5 шт.
15. Цилиндр мерный объемом 5 мл.
16. Капельная пипетка.

### *Ход анализа*

1. *Подготовка сорбционной трубки (СТ).* СТ – это толстостенная стеклянная трубка, нижняя часть которой заполнена стеклянным зерном или измельченной стеклокрошкой. Стеклянный наполнитель увеличивает сорбционную (поглотительную) поверхность СТ и играет роль насадки, на которую наносят слой поглотительного раствора (сорбента). Для поглощения аммиака из воздуха в качестве жидкого сорбента используется серная кислота. Улавливание происходит по реакции:

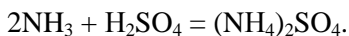


Подготовка СТ заключается в нанесении на стеклянный носитель вымытой и высушенной СТ поглотительного раствора – смеси серной кислоты и глицерина. Последний увеличивает вязкость поглотительного раствора и способствует его более прочному удерживанию на носи-

теле. Для пропитки СТ поглотительным раствором СТ помещают вертикально в стакан с 3-5 мл поглотительного раствора вниз концом со стеклокрошкой (стеклозерном). С помощью резиновой груши засасывают раствор внутрь, чтобы он смочил стеклокрошку. Затем, надавливая на грушу, выдавливают излишек раствора в стакан и сливают его в склянку с поглотительным раствором.

Воздух, загрязненный аммиаком, получают в барботере. Это стеклянный сосуд с раствором NaOH, герметично закрытый стеклянной крышкой со шлифом, смазанным вакуумной смазкой. Барботер снабжен двумя Г-образными стеклянными трубками, вмонтированными в корпус прибора. Одна трубка (входная) проходит через стенку барботера и внутри прибора погружена в раствор щелочи, а другая трубка находится над раствором и выходит через его стенку наружу. Для получения загрязненного аммиаком воздуха следует осторожно снять крышку барботера, быстро вылить в него указанный преподавателем объем раствора сульфата аммония и быстро закрыть барботер крышкой. В результате химической реакции между NaOH и  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  выделяется аммиак.

Подготовленную СТ в стакане №3 присоединяют резиновой трубкой к выходной трубке барботера, а к входной трубке – электроаспиратор (воздушный компрессор). Включают таймер и пропускают воздух через барботер и СТ в течение 30 мин со скоростью 1 л/мин. В результате аммиак вместе с воздухом проходит через СТ, поглощаясь серной кислотой за счет химической реакции:



*2. Приготовление раствора холостой пробы.* В химический стакан № 1 на 50 мл отмерить цилиндром 2-3 мл раствора реактива – п-нитрофенилдиазония, добавить 20-25 мл дистиллированной воды, поместить в него магнитный стержень и установить на столик магнитной мешалки, погрузить в раствор электроды иономера так, чтобы они не касались магнитного стержня. Включить перемешивание и добавлять в стакан капельной пипеткой раствор NaOH до достижения pH=9,4-9,7 по иономеру (см. прилож.1). После этого перемешивание отключить, извлечь электроды, промыть их дистиллированной водой. Содержимое стакана №1 перенести в мерную колбу №1 объемом 100 мл, ополоснуть стакан дважды малыми порциями дистиллированной воды (~5-6 мл). Промывные воды перенести в мерную колбу №1 с раствором хо-

лостой пробы, довести объем в мерной колбе дистиллированной водой до метки, перемешать.

### 3. Приготовление стандартного раствора (раствора сравнения).

В химический стакан №2 на 50 мл отобрать микродозатором (см. приложение № 2) 1000 мкл стандартного раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , добавить ~ 5 мл раствора реактива, 15-20 мл дистиллированной воды. Установить стакан на столик магнитной мешалки, погрузить в него магнитный стержень, электроды иономера и включить перемешивание. Капельной пипеткой довести рН раствора до 9,4 - 9,7 с помощью NaOH. При рН~7 раствор из желтого становится оранжевым, а при рН=9,4-9,7 приобретает оранжево-красную окраску. Отключить перемешивание, содержимое стакана перенести в мерную колбу №2 объемом 100 мл, ополоснуть стакан дважды малыми порциями дистиллированной воды (~5-6 мл), промывные воды слить в мерную колбу №2 со стандартным раствором, довести ее объем дистиллированной водой до метки, перемешать.

4. Приготовление анализируемой пробы. После 30 мин. отбора анализируемой пробы воздуха СТ отсоединяют от барботера не вынимая из стакана №3, промывают ее двумя порциями воды из промывалки, наливая воду примерно на ½ высоты всей СТ. Остатки воды из СТ выдувают грушей.

К раствору в стакане №3 добавляют 5 мл реактива п-нитрофенил-диазония, доводят рН этого раствора до 9,4-9,7 по иономеру (как раствор №2), переносят в мерную колбу №3, доливают до метки водой, перемешивают.

5. Определение светопоглощения. Ознакомиться с работой фотоэлектроколориметра (см. приложение № 3). Измерить светопоглощение растворов № 2 и № 3 на фотоколориметре с кюветой  $l = 1$  см по раствору холостой пробы с синим светофильтром ( $\lambda = 540$  нм).

На основании полученных данных рассчитать содержание аммиака в анализируемой пробе по формуле:

$$m_x = \frac{V \cdot T_{cm} \cdot A_x}{A_{cm}},$$

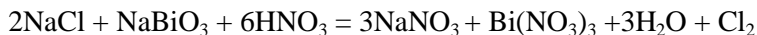
где  $m_x$  – количество аммиака в анализируемой пробе, мг;  $T_{cm}$  – титр стандартного раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  по аммиаку, мг/мл;  $A_x$  – оптическая плотность анализируемого раствора №3;  $A_{cm}$  – оптическая плотность стандартного раствора №2, мл;  $V$  – объем стандартного раствора, взятый для приготовления раствора №2, мл.

Найденное значение  $m_x$  пересчитать на содержание аммиака в 1 м<sup>3</sup> анализируемого воздуха, исходя из скорости продувки воздуха 1 дм<sup>3</sup>/с. Сравнить полученную концентрацию аммиака с ПДК (см. табл. 1) и сделать вывод.

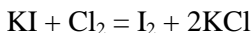
РАБОТА 17.2	<b>Определение хлоридов (общего хлора) в засоленной воде</b>
-------------	--

### *Сущность метода*

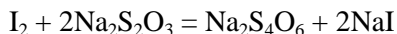
Метод основан на окислении хлоридов до хлора с помощью окислителя висмутата натрия (NaBiO<sub>3</sub>) в среде азотной или серной кислоты при комнатной температуре



Выделившийся хлор извлекается из раствора путем продувки раствора потоком воздуха (барботирование) и собирается в приемник-ловушку, содержащий йодид калия, растворенный в разбавленной уксусной кислоте, где протекает реакция в кислой среде:



В результате образуется эквивалентное количество молекулярного йода. По его количеству можно рассчитать содержание хлоридов в растворе. Количество молекулярного йода находят титриметрически при титровании раствора, собранного в приемник-ловушку, стандартным раствором тиосульфата натрия по реакции:



Титрование ведут используя в качестве индикатора крахмал. Крахмал образует с молекулярным йодом внутрикомплексные соединения яркосинего цвета. Конечную точку титрования определяют по обесцвечиванию раствора в момент, когда весь молекулярный йод восстановится до йодид-ионов, что сопровождается разрушением комплексных соединений и обесцвечиванием титруемого раствора.

При малом содержании хлоридов в воде определение их можно закончить фотометрически, измеряя светопоглощение (оптическую

плотность), окрашенного крахмалом раствора йода. Если в анализируемом растворе содержится хлор (гипохлориты), получающийся при хлорировании питьевой воды, то его извлекают непосредственно из воды в приемник-ловушку с помощью барботирования.

### *Реактивы, приборы, посуда*

1. Висмутат натрия ( $\text{NaBiO}_3$ ), сухая соль.
2. Йодид калия (KI), 5%-ный раствор.
3. Тиосульфат натрия ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), стандартный 0,01М (или 0,005М) раствор.
4. Крахмал, 1 % раствор;
5. серная кислота ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 30 раствор;
6. уксусная кислота ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), 5 % раствор;
7. инструменты титриметрического анализа (аналитическая пипетка, бюретка, колба для титрования, мерный цилиндр);
8. отгонный аппарат (см. рис. 3).

### *Ход анализа*

Получить у лаборанта исследуемый раствор засоленной воды в колбу на  $100 \text{ см}^3$  (мл). Довести содержимое колбы дистиллированной водой до метки и тщательно перемешать. Собрать установку для определения хлора (хлоридов) согласно схеме на рис. 3.

В сосуд ловушку II поместить  $10 \text{ см}^3$  раствора йодида калия и  $5 \text{ см}^3$  уксусной кислоты, отмеряя растворы мерными цилиндрами. В нижнюю часть отгонного аппарата I поместить приблизительно  $20 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты и один шпатель висмутата натрия. Затем отобрать аналитической пипеткой на  $10 \text{ см}^3$  аликвотную часть анализируемого раствора и поместить ее в нижнюю часть отгонного аппарата. Чтобы предотвратить потери хлоридов из реакционного объема, быстро закрыть пришлифованной стеклянной пробкой верхнюю часть отгонного аппарата.

Включить воздушный микрокомпрессор и продувать воздух (барботировать) через анализируемый раствор в течение 10-15 мин.

По окончании времени барботирования, количественно перенести содержимое сосуда-ловушки в колбу для титрования. Образовавшееся количество йода (эквивалентное хлору) окрашивает раствор в желто-коричневый цвет. В раствор добавить крахмал до синей окраски и по-



лученное титровать из бюретки стандартным раствором тиосульфата натрия до обесцвечивания.

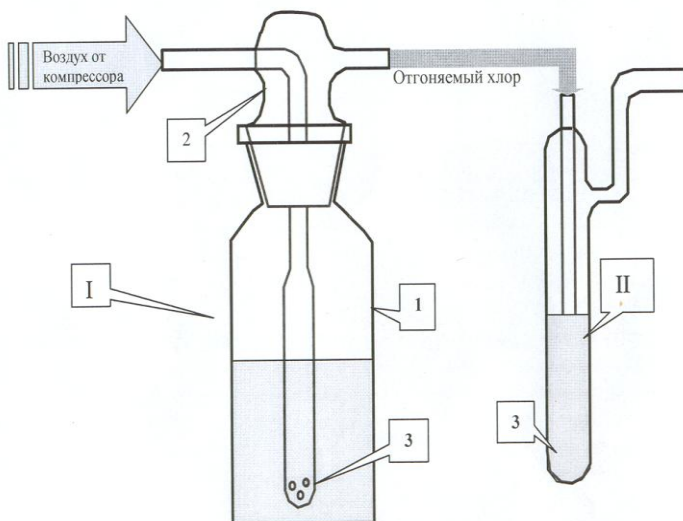


Рис. 3. Схема установки для определения хлора (хлоридов) в растворах: I – склянка Дрекслея; II – сосуд-ловушка; 1 – сосуд стеклянный; 2 – стеклянная пробка (брызгоуловитель) с двумя патрубками; 3 – барботер.

### Расчет результатов титрования

Расчет содержания хлорид-ионов (титр (Т), г/см<sup>3</sup>) в воде провести по формуле:

$$T(Cl) = \frac{c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) \cdot M(\frac{1}{2}Cl_2) \cdot V_{м.к.}}{1000 \cdot V_{пип} \cdot V_{м.к.}} =$$

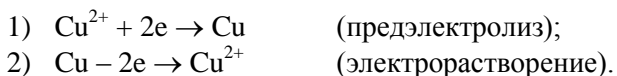
$$= \frac{c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) \cdot M(\frac{1}{2}Cl_2)}{1000 \cdot V_{пип}}$$

где  $c(Na_2S_2O_3)$  – молярная концентрация стандартного раствора  $Na_2S_2O_3$ , моль/л;  $V(Na_2S_2O_3)$  – объем стандартного раствора  $Na_2S_2O_3$ , пошедшего на титрование йода, мл;  $M(1/2 Cl_2)$  – молярная масса эквивалента хлора, равная 35,45 г/моль;  $V_{м.к.}$  – объем анализируемой пробы, мл;  $V_{пип}$  – объем аликвотной части (пипетки) анализируемой пробы, мл.

*Сущность анализа*

Определение содержания металлов в водных растворах (сточных водах) методом инверсионной вольтамперметрии, основано на пропорциональной зависимости силы тока электро растворения металла от его концентрации в растворе  $I = f(C_{Me})$ .

В случае определения меди инверсионный анализ проводят на платиновом электроде на фоне 1н. раствора хлорида кальция  $CaCl_2$  в две стадии. На первой стадии анализа (*предэлектролизе*) накапливают (концентрируют) медь из ее раствора на поверхности электрода, а на второй стадии проводят *анодное растворение концентрата* с регистрацией соответствующего тока растворения. При этом протекают следующие электродные реакции:



Одновременно с анодным растворением концентрата регистрируют вольтамперную кривую, по которой находят содержание вещества в растворе методом стандартной серии.

*Приборы и реактивы*

1. Поляррограф рА-2.
2. Индикаторный графитовый микроэлектрод (ИЭ).
3. Хлорсеребряный электрод сравнения (ЭС).
4. Магнитная мешалка.
5. Секундомер.
6. Электролизер – химический стакан объемом  $50 \text{ см}^3$  (5 шт.)
7. Колба мерная объемом  $25 \text{ см}^3$  – 5 шт.
8. Стандартный раствор меди с  $T(\text{Cu}) = 6,5 \cdot 10^{-7} \text{ г/см}^3$ .
9. Фон – 1н. раствор  $CaCl_2$ .
10. Микродозатор или бюретка.

## Порядок выполнения анализа

1. Снять вольтамперограммы стандартных растворов меди на фоне 1н. раствора  $\text{CaCl}_2$ .

Включить прибор (см. инструкцию к полярографу). Приготовить серию стандартных растворов меди. Для этого налить микродозатором стандартные растворы меди в мерные колбы: в №1 – 1 мл; во №2 – 2 мл; в №3 – 3 мл; в №4 – 4 мл.

Долить раствор в колбах до метки раствором фона  $\text{CaCl}_2$ , перемешать и перелить в электролизеры №1, №2, №3, №4, соответственно.

Снять вольтамперограммы для полученных растворов, начиная с самого концентрированного №4. Для этого электролизер №4 поставить на магнитную мешалку, бросить в стакан стержень магнитной мешалки и включить перемешивание.

Выставить на полярографе напряжение предэлектролиза (накопления) равное  $-0,5$  В.

Подготовить к анализу ИС и ЭС. Графитовый ИЭ готовят путем зачистки торцевой поверхности несколькими круговыми движениями на фильтровальной бумаге, а с хлорсеребряный ЭС готовят промыванием в дистиллированной воде, предварительно сняв предохранительный колпачок. Подготовленные электроды закрепить в колодке штатива и, перемещая вниз колодку с электродами, погрузить их в раствор так, чтобы они не касались стенок электролизера и стержня мешалки.

Подать на электроды поляризующее напряжение и одновременно включить секундомер. Вести электроосаждение меди на графитовом электроде при  $E = -0,5$  В в течение 2 мин, причем первую минуту при перемешивании раствора, а вторую – без перемешивания (мешалку отключить). По истечении точно 2 мин включить линейную развертку напряжения и записать вольтамперограмму электроосаждения микроосадка меди на графитовом электроде при линейно изменяющемся напряжении в диапазоне от  $-0,5$  В до 1,0 В.

Так же поступить с растворами №3, №2 и №1.

2. Снять вольтамперограмму испытуемого раствора меди на фоне  $\text{CaCl}_2$ . Для этого получить в мерную колбу на  $25 \text{ см}^3$  контрольный раствор, добавить до метки фон, перемешать и поступить с раствором так же, как в случае стандартных растворов (см. п.1).

3. Построить градуировочный график зависимости  $I_m = f(V(\text{Cu}^{2+}))$  и определить содержание меди в испытуемом растворе.

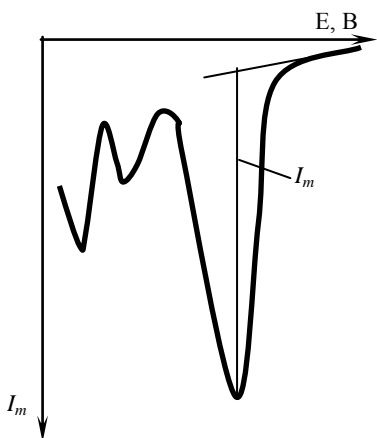
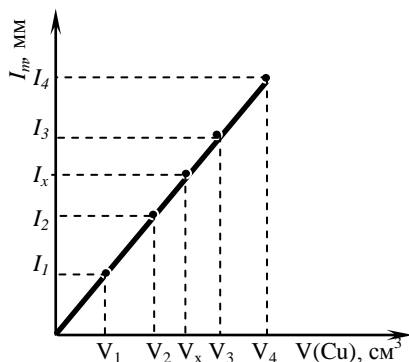


Рис. 4. Графический способ определения  $I_m$  – максимального тока по ИВМ-вольтамперограмме электрорастворения меди



Р и с. 5. Градуировочный график  $I_m=f(V(\text{Cu}^{2+}))$  для определения содержания меди испытуемого раствора.

Для этого на полученных вольтамперограммах для стандартных и испытуемого растворов измерить максимальные токи (в мм) электрорастворения меди (см. рис. 4).

Построить график зависимости  $I_m=f(V(\text{Cu}^{2+}))$  для стандартных растворов (рис. 5), который выражает зависимость максимального тока от концентрации меди в растворе  $I_m=f[\text{Cu}^{2+}]$ .

С помощью градуировочного графика определить объем стандартного раствора  $V_x$ , необходимый для приготовления раствора, имеющего аналитический сигнал тождественный испытуемому, т.е.  $I_m = I_x$ .

Расчет содержания меди произвести по формуле:

$$m_{\text{Cu}} = V_x \cdot T_{\text{Cu}},$$

где  $C_x$  – концентрация меди в испытуемом растворе, г;  $V_x$  – объем стандартного раствора, соответствующий испытуемому, найденный по графику (см. рис. 18.11);  $T_{\text{Cu}}$  – титр стандартного раствора меди,  $6,5 \cdot 10^{-7}$  г/см<sup>3</sup>.

### Контрольные вопросы

1. Факторы загрязнения окружающей среды вредными веществами.
2. Предельно допустимые нормы содержания вредных веществ в окружающей среде и способы их выражения.

3. Методы контроля воздушной, водной сред, почвы и продуктов.
  4. Способы отбора проб воздушной, водной сред, почвы и продуктов для анализа примесей.
  5. Характеристика аммиака как загрязнителя окружающей среды.
  6. Фотокolorиметрическое определение аммиака в воздухе.
  7. Определение аммиака методом добавок и градуировочного графика.
  8. Для чего используют холостую пробу при анализе аммиака?
  9. Методы проведения анализа сточных вод на содержание металлов.
- Индикаторные электроды и электроды сравнения.

### **Библиографический список**

1. Якунина И.В, Попов Н.С. Методы и приборы контроля окружающей среды. Экологический мониторинг. – Тамбов:ТГТУ, 2009. - 188 с.
2. Методы и приборы контроля окружающей среды и экологический мониторинг: — Учебное пособие / С.Ф. Чернов; Федер. агентство по образованию, Моск. гос. ун-т инж. экологии, ф-т АИТ, кафедра «Мониторинг и автоматические системы контроля». — М.: МГУИЭ, 2006.— 192 с.
3. Муравьева С.М., Кознина Н.И., Прохорова Е.К. Справочник по контролю вредных веществ в воздухе. М.: Химия, 1988. 320 с.
4. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М.: Химия, 1984. 448 с.
5. А.с. № 1500931. Способ фотометрического определения аммиака/Рунтов В.И., Муковнина Г.С., Стифатов Б.М. и др. Оpubл. в Бюл. изобр., 1989, № 30.

**Работа с универсальным иономером ЭВ – 74**

Иономер ЭВ – 74 предназначен для определения в комплексе с ионоселективными электродами активности одно- и двухвалентных анионов и катионов (величины  $pX$ ) в водных растворах, а также для измерения окислительно-восстановительных потенциалов (величины  $Eh$ ) в этих же растворах.

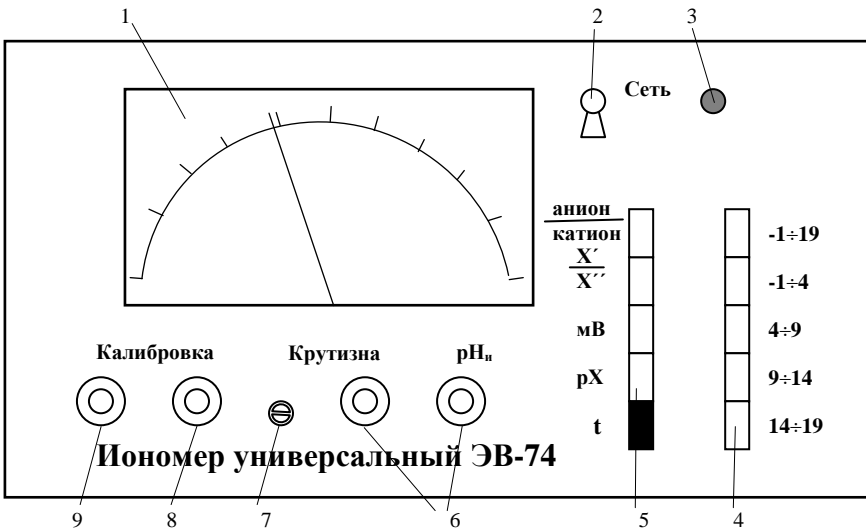


Рис. П.1. Внешний вид передней панели универсального иономера ЭВ-74:  
 1 – табло прибора (милливольметра); 2 – сетевой тумблер; 3 – индикаторная лампочка; 4 – диапазонные кнопки прибора; 5 – функциональные кнопки прибора; 6 – ручки оперативного управления прибором; 7 – корректор нуля; 8 – ручка установки  $pX$ ; 9 – ручка установки температуры.

Внешний вид передней панели иономера представлен на рис. П.7.1. На ней в правом верхнем углу находится тумблер включения и выключения иономера «Сеть» и индикаторная лампочка, подтверждающая включение прибора. С правой стороны прибора расположены два ряда кнопок, задающих функции (левый ряд) и диапазоны функций (правый ряд) прибора. С левой стороны расположены стрелочное табло гальва-

номера с тремя шкалами и внизу, под ним, ручки оперативной настройки прибора «Калибровка», «Крутизна», «рХ<sub>и</sub>».

Функциональная кнопка «АНИОН/КАТИОН» позволяет производить измерения анионов в отжатом состоянии кнопки и катионов при нажатом состоянии кнопки.

При отжатой функциональной кнопке «X<sup>I</sup>/X<sup>II</sup>» производится измерение активности одновалентных ионов, при нажатой кнопке – двухвалентных ионов.

Функциональная кнопка «mV» включает прибор в режим измерения окислительно-восстановительного потенциала (милливольтметра) в мВ.

Функциональная кнопка «рХ» служит для подключения иономера к электрохимической ячейке, включение ее осуществляют при погружении электродов в измеряемый раствор, производя при этом непосредственно измерение. Отключение кнопки «рХ», а значит, отключение иономера от электрохимической ячейки, производится нажатием кнопки «t<sup>0</sup>». Поэтому по окончании измерения, смене раствора необходимо нажать кнопку «t<sup>0</sup>».

Диапазонная кнопка «-1÷19» обеспечивает самый грубый диапазон измерения величины рХ от -1 до 19. При нажатой кнопке «-1÷19» показания снимают по нижней оцифровке гальванометра.

Для более точных измерений весь диапазон разделен на четыре поддиапазона: «-1÷4», «4÷9», «9÷14», «14÷19», при нажатой соответствующей кнопке выбора диапазона, при этом показания прибора снимают по средней шкале гальванометра. Допустимая погрешность измерения составляет (0.04÷0.08)рХ на узких диапазонах и 0.4рХ - на широком диапазоне. Погрешность при измерении рН по буферным растворам составляет ±0,05 рН.

Верхняя шкала гальванометр имеет оцифровку от 0 до 100, необходимую для введения ручной термокомпенсации, которая производится при нажатой кнопке «t<sup>0</sup>» поворотом ручки «температура раствора» до показания гальванометра соответствующего температуре раствора.

Ручки «Калибровка», «Крутизна», «рХ<sub>и</sub>» служат для оперативной настройки прибора на данную электродную схему по буферным растворам.

Для калибровки прибора по значению рХ используют стандартный раствор с известным значением рХ, которое при заданной температуре выставляют на табло прибора ручками 8, 6.

## ***Работа иономера ЭВ-74 со стеклянным электродом при измерении рН***

### *Подготовка к работе*

1. Нажать клавишу «t°», включить провод питания в розетку 220 В, включить тумблер «Сеть». Если прибор исправен, загорается сигнальная лампочка. Прибор прогреть 10-15 мин.
2. Ручкой «Температура раствора» выставить на верхней шкале значение комнатной температуры при нажатой клавише «-1 ÷ 4».
3. Подготовить электроды к измерениям. Электрод сравнения – хлорсеребряный, индикаторный – стеклянный для измерения рН раствора. Оба электрода извлечь из стакана снять колпачки, сполоснуть дистиллированной водой и осторожно просушить бумажной салфеткой.

### *Калибровка прибора*

Прибор откалибровать по буферному раствору с известной концентрацией ионов  $H^+$ , следовательно, рН. Для этого:

1. В сухой химический стакан на 50 мл налить 20-25 мл буферного раствора с известным рН.
2. Погрузить электроды в стакан, чтобы они не касались дна, нажать на клавишу «1 ÷ 19», затем клавишу «рХ».
3. Ручкой «Калибровка» выставить на нижней шкале значение рН, которое соответствует этому раствору.
4. По окончании калибровки прибор отключить нажатием клавиши «t°».

### *Измерение рН*

1. В химический стакан с анализируемым раствором поместить магнитный стержень, электроды иономера, чтобы они касались стержня, включать перемешивание.
2. Нажать клавишу «1 ÷ 19» и клавишу «рХ». С нижней шкалы иономера списать значение рН анализируемого раствора.
3. По окончании измерения выключить перемешивание, отключить прибор нажатием клавиши «t°», извлечь электроды и промыть их дистиллированной водой.



## ***Работа иономера ЭВ-74 с ионселективным электродом на нитрат-ион***

### *Подготовка к работе*

1. Нажать клавишу «t°», включить провод питания в розетку 220В, включить тумблер «Сеть». Если прибор исправен, загорается сигнальная лампочка. Прибор прогреть 10- 15 мин.
2. Ручкой «Температура раствора» выставить на верхней шкале значение комнатной температуры при нажатой клавише «-1 ÷ 4».
3. Подготовить электроды к измерениям. Электрод сравнения – хлорсеребряный, индикаторный – ионселективный на нитрат-ион. Оба электрода извлечь из стакана, снять колпачки, сполоснуть дистиллированной водой и осторожно просушить бумажной салфеткой.
4. В соответствии с природой нитрат-иона установить органы управления прибора следующим образом: клавиша «Анион/катион»-в отжатом положении, клавиша «X<sup>+</sup>/X<sup>-</sup>» – в отжатое положение.

### *Калибровка прибора*

Прибор откалибровать по стандартному раствору с точно известной концентрацией и, следовательно, рNO<sub>3</sub>. Для этого:

1. В сухой стакан на 50 мл поместить 20-25 мл стандартного раствора 0,1 моль/л, поставить на столик магнитной мешалки.
2. Погрузить электроды иономера, чтобы они не касались дна, нажать клавишу «-1 ÷ 4», затем клавишу «рХ».
3. Ручкой «Калибровка» выставить на шкале 2 значение рNO<sub>3</sub>, соответствующее стандартному раствору.
4. По окончании калибровки прибор отключить нажатием клавиши «t°».

### *Измерение рNO<sub>3</sub>*

1. В химический стакан на 50 мл поместить 20-25 мл анализируемого раствора, опустить электроды иономера.
2. Нажать клавишу «-1 ÷ 4», затем клавишу «рХ».
3. На шкале 2 списать значение, соответствующее исследуемому раствору.

**Правила работы с микродозаторами  
марки«УНИ» И «ВАРИ» (Польша)**

Микродозаторы «УНИ» и «ВАРИ» – это серия микродозаторов высокого качества, гарантирующих высокую точность и повторяемость объема измеряемых жидкостей. Микродозаторы оснащаются двумя видами наконечников: желтого и голубого цвета. Разные цвета наконечников упрощают подбор соответствующего наконечника к данному микродозатору – кнопка микродозатора и наконечник должны быть одного и того же цвета.

Работа с дозатором состоит в следующем.

1. Поворотным движением по часовой стрелке надевают наконечник на шток микродозатора так, чтобы был заметен след зажима в точке прикосновения штока к внутренней поверхности наконечника.
2. Нажимают на кнопку микродозатора до первого упора.
3. Держа микродозатор в вертикальном положении, погружают наконечник в измеряемую жидкость на глу- «УНИ» бину менее 2-3 мм.
4. Набирают жидкость в наконечник, постепенно отпуская кнопку в течение 2-3 с для микродозаторов вместимостью 200 мкл и в течение 3-5 с для дозаторов вместимостью от 200 до 1000 мкл. После этого держат наконечник еще около 1 с в жидкости и только после этого извлекают его из жидкости.
5. Плавно нажимая на кнопку дозатора до первого упора с такой скоростью, как при наборе жидкости, сливают содержимое дозатора, прикасаясь наконечником к внутренней стенке сосуда.
6. Выжидают около 1 с.
7. Нажимая на кнопку дозатора до второго упора, удаляют остатки жидкости и извлекают наконечник из жидкости, скользя им по стенке сосуда.
8. По окончании работы микродозатор тщательно промывают водой.

## Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2

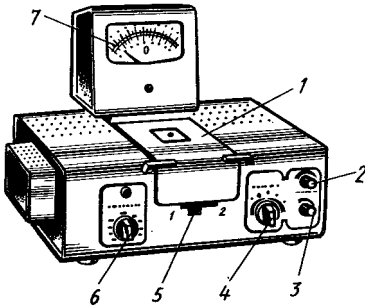


Рис. П.3.1. Конструкция колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2

Усовершенствованный колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 предназначен для измерения в отдельных участках диапазона длин волн 315-980 нм, выделяемых светофильтрами, коэффициентов пропускания и абсорбционности жидкостных растворов, а также определения концентрации веществ в растворах методом построения градуировочных графиков.

Колориметр позволяет также производить измерения коэффициентов пропускания рассеивающих взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете. Определение содержания окрашенных компонентов в исследуемом растворе на КФК-2 проводится значительно быстрее и проще, чем на ФЭК-56М.

### *Оптическая схема колориметра КФК-2*

Свет от накаленной нити лампы 1 конденсором 2 изображается в плоскости диафрагмы 3 (рис. П.3.1). Это изображение объективами 4, 5 переносится в плоскость, отстоящую от объектива на расстоянии 300 мм. Кювета 10 с исследуемым раствором вводится в световой поток между защитными стеклами 9, 11. Для выделения узких участков спектра из сплошного спектра излучения лампы в колориметре предусмотрены цветные светофильтры 8. Теплозащитный светофильтр 6 вводится в световой поток при работе в видимой области спектра (400 – 490 нм). Для ослабления светового потока при работе в спектральном диапазоне 400 -500 нм установлены нейтральные светофильтры 7. Световой поток, пройдя через светофильтры и кювету, попадает на фотоэлемент 12 и возбуждает ток, который регистрируется микроамперметром.

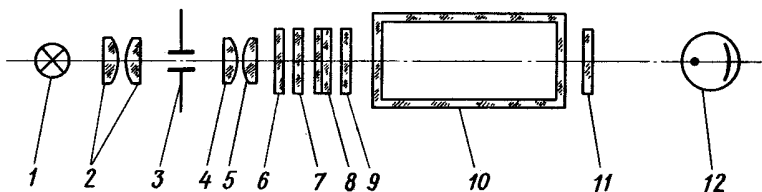


Рис. П.3.2. Оптическая схема колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2.

### ***Принцип работы колориметра КФК-2***

Принцип действия прибора основан на регистрации силы тока, возникающего на фотоэлементе. Сила тока зависит от интенсивности окраски раствора, так как чем больше концентрация окрашенного вещества или компонента в растворе, тем больше светопоглощение и меньше интенсивность светового потока, выходящего из раствора и, следовательно, меньше возникающий фототок. Для учета потерь света, вследствие отражения от стенок кюветы и его поглощения растворителем, измерение проводят всегда относительно «нулевого» раствора (воды).

### ***Методика работы на колориметре КФК-2***

1. Колориметр (рис. П.3.1) включить в сеть за 15 мин до начала измерений. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка перед фотоприемниками перекрывает световой пучок).

2. Ввести необходимый по роду измерений цветной светофильтр ручкой 6 «Светофильтр  $\lambda$ , нм» (см. табл. П.1).

3. Установить минимальную чувствительность колориметра. Для этого ручку «Чувствительность» установить в положение «1», ручку «Установка 100 Грубо» – в крайнее левое положение. Перед измерениями и при переключении фотоприемников проверить установку стрелки колориметра на «0» по шкале коэффициентов пропускания  $T$  при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения ее подводят к нулю с помощью потенциометра «Нуль», выведенного под шлиц.

4. При установке кювет в кюветодержатели нельзя касаться палочками рабочих участков поверхностей (ниже уровня жидкости в кювете).

те). Наличие загрязнений или капель раствора на рабочих поверхностях кюветы приводит к получению неверных результатов. Наливать жидкость в кюветы следует до метки на боковой стенке кюветы. Не наклонять кювету с жидкостью при установке ее в кюветодержатель.

Таблица П.3.1

### Светофильтры колориметра

Маркировка на диске	Маркировка светофильтра	Длина волны, соответствующая максимуму пропускания $\lambda$ , нм
1	315	$315 \pm 5$
2	364	$364 \pm 5$
3	400	$400 \pm 5$
4	440	$440 \pm 10$
5	490	$490 \pm 10$
6	540	$540 \pm 10$
7	590	$590 \pm 10$
8	670	$670 \pm 5$
9	750	$750 \pm 5$
10	870	$870 \pm 5$
11	980	$980 \pm 5$

6. В световой поток кюветодержателя поместить кювету с холостой пробой, по отношению к которой производится измерение, а в другой кюветодержатель – кювету со стандартным раствором.

7. Закрывать крышку кюветного отделения.

8. Ручками «Чувствительность» и «Установка 100 Грубо и Точно» установить отсчет 100 по шкале колориметра. Ручка «Чувствительность» может находиться в одном из трех положений: «1», «2» или «3».

9. Поворотом центральной ручки «1-2» кювету с холостой пробой заменить кюветой со стандартным раствором.

10. Снять отсчет по шкале А в единицах оптической плотности.

11. Если полученное значение оптической плотности составляет ~0.3-0.5, кювета выбрана правильно. Если величина оптической плотности меньше 0.3-0.2, следует взять кювету с большей рабочей длиной.

12. Если кювету выбрали правильно, то заменить кювету со стандартным раствором на кювету с исследуемым раствором и произвести отсчет оптической плотности.

13. После завершения работ на колориметре до его выключения ручку «Чувствительность» установить в положение «1», обозначенное красным цветом, а ручку «Установка 100 Грубое» – в крайнее левое положение.

14. Выключить тумблер «Сеть» колориметра и извлечь из розетки вилку сетевого провода прибора.

## **Аналитический контроль окружающей среды**

Составители:

*СТИФАТОВ Борис Михайлович*

*РУНТОВ Виктор Иванович*

Печатается в авторской редакции  
Компьютерная верстка Стифатов Б.М.

Подписано в печать 24.01.13  
Формат 60x84 1/16. Бумага типогр. №2.  
Усл.п.л. 2,6. Усл.кр.-отт. 2,6 . Уч.-изд.л. 2,4 .  
Тираж 50 экз.

---

Государственное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Самарский государственный технический университет»  
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Главный корпус.

Отпечатано в типографии  
Самарского государственного технического университета  
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Корпус №8.

